(51) int.CL\*

# (12) 公開特許公報(A)

庁内整理番号

(11)特許出顧公園番号

特開平9-194335

技術表示個所

(43)公開日 平成9年(1997)7月29日

(VI/H)L(A		C. THILLING	11 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1						~~~	
A61K	7/06			A 6 1 K	7/06					
	7/11				7/11					
# A61K	7/075				7/075					
	7/08				7/08					
				審査請求	未随求	蘭求項	の数2	PD	(全 7	(其)
(21)出联番号	)	特額平8-23221		(71)出國人	0000020	)60				
					信息化学	学工業株	式会社			
(22) 出顧日		平成8年(1996) 1月17日 東京都千代田区大			大手町:	手町二丁目6番1号				
				(72) 完明者 桑田 敏						
					群馬県は	建水郡松	井田町フ	大学人员	11番組	910
					信銘化	学工業株	式会社	ンリコー	- ン電子	相称
				l .	技術研	<b>克所内</b>				
				(72)奈明者	相比	<del>87</del>				
				"	雅思堡:	建水郡松	井田町。	大字人	1.1番類	110
						学工業株				
					技術研究					
				(74)代理人	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •					
				(,-V,10=2,X	71 AE-T-	140173	170			

# (54) 【発明の名称】 毛髪化粧料

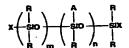
# (57)【要約】

【課題】 製品の安定性が良く、毛髪に競やかさ、しな やかさ、滑り性、しっとり感を与えることができる毛髪 化粧料の提供。

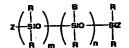
膜附配号

【解決手段】 下配化1で表されるオルガノポリシロキ サンを含有してなる毛髪化粧料。

## 【化1】



R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> の合計量は斯る基中の全NHの30モル% 以上であり、R<sup>3</sup> は炭素数1~4の2値炭化水素基、a は0~4の整数、R<sup>2</sup> は水素原子または炭素数1~8の 1値炭化水素基、アシル基から選択される1値の基、b は2~20の整数、cは1~10の整数、R<sup>2</sup> は水素原 子または炭素数1~8の1値炭化水素基である。



Ł3]

H<sub>2</sub>C—CHCH<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>b</sub>(OC<sub>8</sub>H<sub>6</sub>)<sub>b</sub>OR<sup>6</sup>

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記化1で表されるオルガノポリシロキ サンを含有してなる毛髪化粧料:

【化1】

$$x \left(\begin{array}{c} R \\ SIO \end{array}\right) \left(\begin{array}{c} A \\ SIO \end{array}\right) \left(\begin{array}{c} R \\ SIO \end{array}\right) \left(\begin{array}{c} R \\ SIO \end{array}\right)$$

但し、式中のRは炭素原子数1~20の1価の炭化水素 基、Aは下記式(1)で表される1価の基、XはR、A 又は下記式(3)で表される1価の基、mは5~500の正数、nは0~100の正数であり、n=0の場合X の少なくとも1個はAである:

(1)-R1-(NR2-R3), -NR4R5

但し、式中の $R^1$  は炭素原子数 $1\sim 8$ の2価の炭化水素 基、 $R^2$  、 $R^4$  及び $R^6$ は盥素原子に直結する水素原子 あるいは下記式(2)で表される1価の基であって、式(2)で表される基が $R^2$  、 $R^4$  及び $R^6$  の合計量の30モル%以上であり、 $R^3$  は炭素原子数 $1\sim 4$ の2価の 炭化水素基、aは $0\sim 4$ の整数である;

(2) -CH<sub>2</sub> CH(OH) CH<sub>2</sub> (OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>5</sub> OR<sup>6</sup> 但し、式中のR<sup>6</sup> は水素原子または炭素原子数1~8の 1 値の炭化水素基、及びアシル基から選択される1 値の 基であり、bは2~2 Oの整数、cは0~1 Oの整数で ある;

(3)-OR7

但し、式中のR<sup>7</sup> は水楽原子または炭素原子数1~8の 1価の炭化水素基である。

【節求項2】 化1で表されたオルガノボリシロキサン が、下配化2で表されるオルガノボリシロキサンと下配 化3で表されるボリオキシアルキレングリシジルエーテ ルとの反応生成物である、請求項1に記載された毛髪化 舒料:

[#2]

但し、式中のRは炭素原子数 $1\sim20$ の1価の炭化水素 芸、Bは下記式(4)で表される1価の芸、ZはR、B 又は-0B7(但し、R7は水素原子又は炭素原子数 $1\sim8$ の1価の炭化水素基である)で表される1価の芸、mは $5\sim500$ の正数、nは $0\sim100$ の正数であり、n=0の場合2の少なくとも1個はBである;

(4)-R1-(NH-R3),-NH2

但し、式中のR<sup>1</sup> は炭素原子数1~8の2価の炭化水 素、R<sup>3</sup> は炭素原子数1~4の2価の炭化水素基であ り、aは0~4の整数である; [化3] H<sub>2</sub>C—CHCH<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>5</sub>(OC<sub>5</sub>H<sub>8</sub>)<sub>6</sub>OR<sup>6</sup>

但し、式中のR<sup>6</sup> は水素原子または炭素原子数1~8の 1価の炭化水素基、及びアシル基から選択される1価の 基であり、bは2~20の整数、cは0~10の整数で ある。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は毛髪化粧料に関し、 特に、水への分散性に優れた特殊なオルガノポリシロキ サンを必須成分として含有する毛髪化粧料に関する。 【0002】

【従来の技術】毛髪は、ブラッシング、洗髪などによる 機械的損傷、及び太陽光線、ドライヤー、パーマネント ウェーブなどによる物理的、または、化学的な損傷を受 け易いため、これらの損傷から毛髪を保護するために、 従来から、椿油、オリブ油などの植物油、ラノリン、牛 脂などの動物油、ワセリン、パフィンなどの動物油ま たは合成油などを、直接またはエマルジョン若しくは溶 継に溶解して整髪料とすることが行われいる。

【0003】近年、オルガノボリシロキサンが、毛髪に 健やかさ、しなやかさ、滑り性、及びしっとり感等を与 えることが見い出されたことから、それを添加した種々 の毛髪化粧料が実用化されてきている。例えば、ジメチ ルポリシロキサンとジオール標準体または分枝脂肪族ア ルコールからなる毛髪化粧料(特開昭52-47923 号公報)、ポリオルガノシロキサンーボリオキシアルキ レンプロック共風合体と含水エタノール又は無水エタノ ールからなるペアーコンディショナー組成物(特開昭55-136214号公報)等が既に知られている。

【0004】しかしながら、ジメチルボリシロキサンを配合したものは静電気が発生し易く、ゴミが付着し易いという欠点があった。また、ジメチルボリシロキサンをシャンアー、ヘアーコンディショナー、ヘアリンスなどの水性毛髪化粧料に配合すると、製品の安定性が損なわれることがあるという欠点があった。更に、ボリオルガノシロキサンーボリオキシアルキレンブロック共富合体を配合したものの場合には、毛髪の滑り性付与効果が充分でないという欠点があった。

【0005】一方、(アミノアルキル)メチルポリシロキサンとカチオン界面活性利及び水性キャリヤーからなる毛髪化粧料(特開昭56-45406号公報)、第4級登案含有カチオン性オルガノポリシロキサンを使用する化粧料(特開昭55-66506号公報)、アミノ基及びポリオキシアルキレン基を含すするオルガノポリシロ公報)等の、カチオン性の毛髪化粧料も開発されている。しかしながら、これらの化粧料はある程度の効果があった。

認められているに過ぎず、未だ、消足できるものではなかった。

### [0006]

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者らは、より優れた年齢化粧料を開発するために設意検討した結果、特定のオルガノポリシロキサンと、特定のポリオシアルキレングリシジルエーテルとの反応によって、移られるオルガノポリシロキサンが、毛髪への吸着性に優れていると同時に、親木性に喜み、水性化粧料としたときの安定性が改善されることを見い出し、本発明に至った。従って、本発明の目的は、毛髪に整やかさ、しなやかさ、滑り性、及びしっとり感等を与えることができると共に、製品の安定性に優れた毛髪化粧料を提供することにある。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】本発明の上配の目的は、 下配化4で表されるオルガノポリシロキサンを含有して なる毛髪化粧料によって達成された。

[(24)

但し、式中のRは炭素原子数 $1\sim20$ の1価の炭化水素 基、Aは下配式(1)で表される1価の基、XはR、A 又は下配式(3)で表される1価の基、mは $5\sim500$ の正数、nは $0\sim100$ の正数であり、n=0の場合Xの少なくとも1個はAである。

[0008] (1)- $R^1$ -(NR2- $R^3$ ), -NR4R5

但し、式中のR<sup>1</sup> は炭素原子数  $1\sim 8$ の 2 価の炭化水素 荔、R<sup>1</sup>、R<sup>1</sup> 及びR<sup>5</sup> は投業原子に直結する水業原子 あるいは下記式(2)で表される 1 価の基であって、式(2)で表される基がR<sup>2</sup>、R<sup>1</sup> 及びR<sup>5</sup> の合計量の 3 のモル%以上であり、R<sup>3</sup> は炭素原子数  $1\sim 4$  の 2 価の 炭化水素基、3 は $0\sim 4$  の整数である。3 が 4 を怠えると合成が困難となる。

### [0009]

(2) -CH<sub>2</sub> CH(CH) CH<sub>2</sub> (OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>6</sub> (OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>6</sub> (DC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>6</sub> (DC<sub>2</sub>H

### (3)-087

但し、式中の $\mathbf{R}^{7}$  は水素原子または炭素原子数 $1\sim8$ の1価の炭化水素基である。

【0010】前記化4中のRの具体例としては、メチル 甚、エチル甚、プロビル甚、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘアチル基、オクチル基、デシル基、ドデシル 法、テトラデシル基、オクタデシル基等のアルキル

基: ビニル基、アリル基等のアルケニル基: シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基: 及び、フェニル基、トリル基、ナフチル基等のアリール基、またはこれらの基の炭素原子に結合した水素原子が部分的にハロゲン原子で置換された基等が挙げられる。 【0011】 本発明においては、Rは特にメチル基であるととが好ましい、更にXが-OR7 である場合における1価の炭化水業基取7の具体例としては、メチル基、

エチル基、プロビル基、ペンチル基、ヘキシル基、オク

チル基、フェニル基等が挙げられる。

【0012】化4中のmは5~500の正数であり、特に10~100の正数であることが好ましい。mが5より小さくなると、毛髪に対する酸やかさや滑り性付与効果が乏しいものとなり、500より大きくなると、水性の毛髪処理剤に配合した場合の、製品の安定性が低下する。また、nは0~100匹数であり、特に0.5~100匹数であることが好ましい。nが100より大きくなると毛髪に対する酸やかさや滑り性付与効果が低下する。

【0013】化4におけるR!は、メチレン基、ジメチレン基、トリメチレン基、及びテトラメチレン基などのアルキレン基であることが好ましく、特にトリメチレン基であることが好ましい。また、R!の具体例としては、メチレン基、ジメチレン基、トリメチレン基、及びテトラメチレン基などのアルキレン基が挙げられるが、本発明においては、特にジメチレン基であることが好ましい。

【0014】また、R<sup>1</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>は登業原子に直結する水業原子あるいは上記式(2)で要される1価の基であって、式(2)で表される基がR<sup>1</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>の合計量の30モル%以上であり、特に50モル%以上であることが好ましい。30モル%より小さいと水性毛髪処理和への分散性が低下するためである。

【0015】また、bは2~20の整数であり、特に3~10であることが好ましい。bが2より小さくなると水性の毛髪化粧料への分散性に乏しいものとなり、20より大きいと滑り性付与効果に劣るものとなるためである。また、cは0~10の整数であり、特に0~5であることが好ましい。cが10より大きいと水性の毛髪化粧料への分散性に乏しいものとなるためである。

【0016】また、R®の具体例としては、水素原子: メチル苺、エチル苺、プロビル苺、ブチル苺、ペンチル 苺、ヘブシル苺、オクチル基等のアルキル苺: アセチル 苺、ペンゾイル基等のアシル基などが挙げられるが、本 発明においては特に、メチル苺、ブチル苺、アセチル苺 が好ましい。

【0017】本発明における前配化4で表されたオルガ ノボリシロキサンは、下配化5で表されるオルガノボリ シロキサンと下配化6で表されるボリオキシアルキレン グリシジルエーテルとの反応により得ることができる。 【化5】

但し、式中のRは前配化4におけるRと同じであり、B は下記式(4)で表される1価の基、ZはR、B又は前 記式(3)で表される基、mは5~500の正数、nは 0~100の正数であり、n=0の場合には、Zの少な くとも1個はBである。

(4) -R1-(NH-R3) a -NH2

但し、式中のR<sup>1</sup>、R<sup>3</sup>及びaは前配化4における

R<sup>1</sup> 、R<sup>3</sup> 及びaと同じである。 【0018】 【化6】

但し、式中の $R^6$  、b及びcは前配化4における $R^6$  、b及びcと同じである。

【0019】本発明で使用する上配化5で表されるオルガノポリシロキサンの具体例としては、例えば、下配化7で表される化合物を挙げることができる。

【化7】

但し、式中のm及びnは前記化4におけるm及びnと同じである。

【0020】本発明で使用する前配化6で表されたポリ

オキシアルキレングリシジルエーテルの具体例として は、例えば下配化8で表される化合物を挙げることがで きる。 【化8】

但し、式中のb及びcは前配化4におけるb及びcと周 とである。

【0021】本発明においては、必須とされるオルガノポリシロキサンの毛髪化粧料中の含有量は0.01~1 0重量%であることが好ましく、特に、0.1~5重量%であることが好ましい。また、その逐加方法は、必要に応じて更に添加する油成分、界面活性剤と共に、水中に乳化させる方法、アルコール溶液あるいは水溶液に添加配合する方法、油成分、粉体と共に混合する方法等、シャンアー、乳液、整髪料等の製品の形態に従って選択する。

【0022】本発明の毛髪化粧料は前記化4で表されたオルガノボリシロキサンを必須成分とするが、更に、その用途に応じて、各種の非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両イオン性界面活性剤、ワックス類、植動物油及び各種粉体等の成分を適宜添加しても良い。例えば、脂肪酸石鹸、アルキルベンゼンスルホネート、アルキルスルフェート、アルキルエーテルスルフェート、モノグリセリドスルフェート、アルト、アルキルホスフェート、メチルタウライド及び脂肪酸アルカノールアミドなどを含有する成分が挙げられる。

【0023】また、本発明の毛髪化粧料を人や動物の髪用シャンプーに用いる場合には、上配添加物として、脂肪アルコール又は脂肪アルコールエトキシレートを使用することが好ましく、特にラウリル及びミスチルアルコールから誘導されるもの、及びこれらの塩であることが好ましい。このような塩としては、例えばラウリル硫酸ナトリウム、ラウリルエーテル硫酸ナンチニウム、トリエタノールアミンラウリルスルで、モノエタノールアミンラウリルスルフェート、モノエタノールアミンラウリルスルフェート、及び、ラウリルエトキシスルホコハク酸2ナトリウムなどが挙げられる。

【0024】本発明の毛髪化粧料は、その構造中にアミノ基及びポリオキシアルキレン基を含有する特定のオルガノポリシロキサンを使用しているため、その製品形態に依らず、毛髪に、壁やかさやしなやかさ、滑り性、及

びしっとり窓を与えることができる。毛髪化粧料の形態 としては、水溶液、エマジョン、エアゾール、固形、ベ ースト、粉末等とすることができ、用途としては、シャ ンプー、ヘアリンス、アフターシャンプー、コンディシ ョナー、ヘアコンディショナー、セットローション、ブ ロースタイリングローション、ブレシャンプー・トリー トメント、ヘアスプレー、ヘアスタイリングジェル、ヘ アダイ、ヘアブルーチ、パーマネントウェーブ第1剤、 パーマネントウェーブ第2剤、及び、染毛剤、ヘアーリ キッド、ヘアートニック等の整髪剤が挙げられる。 【0025】

【実施の形態】本発明の毛髪化粧料は、前記化4で表されるオルガノボリシロキサンを、必要に応じて加える公知の添加剤や溶剤と共に、乳液物や溶液ペースト或いはスプレーとして使用できるように混合興製することによって容易に得ることができる。

#### [0026]

【発明の効果】本発明の毛髪化粧料は、特殊構造のアミノアルキル変性オルガノポリシロキサンを含有しているので製品安定性に優れており、例えば、シャンアーに用いられても経時によって泡立ち性が低下することがない上、処理後の毛髪に、塵やかさ、しなやかさ、滑り性、しっとり窓及び軽いブラッシング性を付与することができる。

## [0027]

【実施例】以下、本発明を実施例によって更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。 又、特に断らない限り、以下に記載する「%」及び「部」は「重量%」及び「重量部」を意味する。尚、粘度は25℃における測定値を示す。

【0028】合成例1. 撹拌装置、温度計、遠流冷却装置及び登案ガス導入管の付いた500mlのセパラブルフラスコに、下配化9で表されるアミノアルキル基合有オルガノボリシロキサンA(分子量2,056)61.7g、下配化10で表されるボリオキシアルキレングリシジルエーテルA(分子量404)36.4g(アミノアルキル基合有オルガノボリシロキサン中の金NHに体して100モル%)、及びイソプロピアルコール98.0gを仕込み、登累ガスを導入しながら撹拌し、100℃で1時間、低沸点留分の除去を行ったところ、92.8gの、粘度が190cPで下配化11で表されるオルガノボリシロキサン-1が得られた。

[0029]

【化9】

【化10】

但し、式中のRは下配化12で表される基である。 【化12】

【0031】上記化9で表されるアミノアルキル基合有 オルガノポリシロキサンA、快述する比較例1に用いら れるジメチルポリシロキサン、及び、得られたオルガノ ポリシロキサン-1、それぞれ20部に対して1%酢酸 水溶液(酢酸約1当量/窒素原子)80部中に分散さ せ、得られた水溶液の水分散性を外観観察し、下記の如 く評価した。その結果は表1に示した通りである。 【0032】<u>評価基準</u>:

溶液が透明となるもの・・・・○(水分散性良好) 溶液が懸濁するもの・・・△(水分散性やや不良) 溶解できなかったもの・・・・・・×(不溶) 【表1】

オルガノポリシロキサン	水分數性
オルガノポリシロキサン-1	0
-2	0
7	0
1	Δ.
ジメチルポリシロキサン	×
オルガノギリシロキサン-A	×

【0033】合成例2. 化10で表されたポリオキシアルキレングリシジルエーテルAの使用量を24.2g(アミノアルキル基合有オルガノポリシロキサンA中の全NHに対し67モル%)とした他は、合成例1と全く同様にして反応を行い、81.0gの、粘度が170cPのオルガノポリシロキサン-2を得た。得られたオルガノポリシロキサン-2について、合成例1と全く同様にして水分散性を評価した結果は表1に示した通りであ

δ.

【0034】合成例3.化9で表されたアミノアルキル基合有オルガノボリシロキサンA51.4gと下配化13で表されるボリオキシアルキレングリシジルエーテルB(分子量650)48.8g(アミノアルキル基合有オルガノボリシロキサンA中の全NHに対し100モル%)とを用いた他は、合成例1と全く円様にして反応を行い、91.0gの、オルガノボリシロキサン-3を得た。得られたオルガノボリシロキサン-3について、合成例1と全く同様にして水が散性を呼信した結果を表1に示した違りである。

(化13)

【0035】合成例4. 化9で表されたアミノアルキル 基合有オルガノボリシロキサンと、下配化14で表されたグリシジルアルコールとを用いた他は、合成例1と全く同様にして反応を行い、オルガノボリシロキサンー4を得た。得られたオルガノボリシロキサンー4について、合成例1と全く同様にして水分散性を評価した結果を表1に示した通りである。

【化14】

【0036】実施例1、2及び比較例1. 袋2に示される組成物を用い、通常の調製方法によってシャンプーを 興製した。得られたシャンプーについて、洗髪時の泡立 ち性、乾燥性、滑り性を観察した結果は同表に示した通 りである。

【表2】

シャンプー

Q <del>9</del>	實施例1	實施例2	比較例1
ポリオキシエテレン (3) ラウリルは効ナトリウム	1696	169(	1634
ラウリル破壊ジェタノールアミド	496	49	4%
プロピレングリコール	29(	2%	296
オルガノポリシロキサン-1	196		-
オルガノポリシロキサン-2	T -	196	_
ジメチルポリンロキヤン-(200cp)	T -	-	196
*	77%	77%	77%
海立ち性	BS	Q47	書い
<b>1</b>	魚打	鼻籽	AFF
滑り修	0.67	88	Mi.

【0037】実施例3、4及び比較例2. 表3に示され る組成物を用い、通常の餌製方法によってオイルリンス を餌製した。得られたオイルリンスについて、その外

個、毛髪処理、及び乾燥後の毛髪の滑り性について観察 した結果は同表に示した通りである。

【表3】

	ルリ	ンス

成分	実施用っ	実施部4	比較例2
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	296	296	2%
セタノール	196	196	196
ポリオキシエチレン(3)セチルエーテル	196	196	136
オルガノがリシロキサン-1	0.5%	-	_
オルガノがリシロキサン-3		0.5%	-
アミノアルキル基合有ポリシロキサンA	-	_	0.5%
*	95,5%	95.5%	95,5%
超成物の外質	鼻籽	86	オイル浮きあり
滑り性	鼻ּ籽	847	<b>T</b> U

【0038】実施例5、6及び比較例3. 袰4に示され る組成物を用い、通常の興製方法によってスタイリング ジェルを興襲した。得られたスタイリングジェルについ

て、毛髪処理した時の壁、滑らかさについて観察した結 果は岡泉に示した通りである。

【表4】

成分	宴覧例 5	實施例6	<b>比較例3</b>
カルボキンピニルポリマー	11%	1%	19(
<b>ギリビニルピロリドン</b>	1%	196	191
1、3ープテレングリコール	196	1%	19(
エタノール	10%	10%	109(
オルガノポリシロキサン-1	196		_
オルガノポリシロキサン-2	-	136	_
オルガノポリシロキサン-4		_	196
トリエタノールアミン	22	建是	建量
*	茂部	姓田	残容
<b>R</b>	鱼仔	鱼仔	ぎらつき大
なわうかさ	A#	84	べたつきあり